This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents *will not* correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

JAPANESE PATENT OFFICE (JP)

PATENT JOURNAL (A)

KOKAI PATENT APPLICATION NO. HEI 5-253416

Technical Indication Section

Int. Cl.^{5}: B 01 D39/14
39/00
H 01 G 7/02

Identification code: E
B
H 8019-5E

Sequence Nos. for Office Use: FI

Application No.: Hei 4-55221

Application Date: March 13, 1992

Publication Date: October 5, 1993

No. of Inventions: 4 (Total of 8 pages; FD)

Examination Request: Not requested

METHOD FOR PRODUCTION OF ELECTRET FILTER

[*Erekutoretto fuirutah no seizoh houhoh*]

Applicant:
000005887
Mitsui Petrochemical
Ind., Ltd.
3-2-5 Kasumigaseki
Chiyoda-ku, Tokyo

Inventors:	Aki Yokoyama c/o Mitsui Petrochemical Ind., Ltd. 6-1-2 Wagi, Wagi-cho Kako-gun, Yamaguchi-ken
	Tomo Matsuura c/o Mitsui Petrochemical Ind., Ltd. 6-1-2 Wagi, Wagi-cho Kako-gun, Yamaguchi-ken
	Yoshio Shinagawa c/o Mitsui Petrochemical Ind., Ltd. 6-1-2 Wagi, Wagi-cho Kako-gun, Yamaguchi-ken
Agent:	Nozomu Watanabe Patent attorney and 1 other

[*There are no amendments to this patent.*]

[*As requested, only Claims and Examples have been translated.*]

[*In this translation, product names are spelled phonetically.*]

(54) [Title of the Invention]

Method for production of electret filter

* * *

[Claims of the invention]

[Claim 1] Method for production of electret filter comprising a process wherein a polymer film (B) is applied to at least one surface, either the upper surface or lower surface, of a polymer fiber aggregate, a direct current is applied to the above-mentioned polymer fiber aggregate, and at the same time, a voltage with a polarity opposite to that of the above-mentioned charge voltage is applied to polymer film (B) and a charge treatment is applied to the polymer fiber aggregate and the polymer fiber aggregate is subsequently formed into an electret filter.

[Claim 2] The method for production of an electret filter described in Claim 1 wherein the above-mentioned polymer fiber aggregate is a flat split yarn aggregate produced by splitting a polymer film.

[Claim 3] The method for production of an electret filter described in Claim 1 or Claim 2 wherein a voltage with a polarity opposite that of the charge voltage is applied to the above-mentioned polymer film (B) in areas other than the area where the polymer film (B) is applied to the polymer fiber aggregate.

[Claim 4] The method for production of an electret filter described in one of Claims 1 through 3 wherein the above-mentioned polymer film (B) is a film with a porosity of 50% or below.

* * *

[Application Examples]

[0041] Application Example 1

Mixing was provided for 9000 g of polypropylene (Hi-Pole B200, product of Mitsui Petrochemical Ind., Ltd., MFR: 0.5 g/10 minutes), 500 g of polycarbonate (Lexane 101, product of General Electric Co.) and 500 g of maleic anhydride modified polypropylene (maleic anhydride graft modification ratio: 3 wt%) and a resin composition was produced.

[0042] The resin composition produced was fed to an inflation film molding machine (product of Toshiba Ltd.) and formed into a film with a thickness of 30 μm at a temperature of 240• C. Subsequently, the film was passed through a needle-punch roll as drawing of the above-mentioned film was done in the longitudinal direction at a drawing ratio of 6.6 times on a hot plate at 135• C to form a split yarn; then, a fluorine resin film (FEP, Neokron NF-0025, product of Daikin Ind., Ltd.) with a thickness of 25 μm was applied to the lower surface of the split yarn produced, the laminate produced was then passed through the charge electrode and a roll-like ground electrode (separation of electrodes: 8 mm) of the loading device with the structure shown in Fig. 1(a) at a retention time of 0.5 seconds and charge voltage of -9 kV (DC) was applied and corona discharge was applied and received on a paper roll. At this time, a DC voltage of +7 kV was applied to the above-mentioned FEP film. Subsequently, the electret-treated split yarn was rolled out from the paper roll and cut to 90 mm by a cutter, and a processed by means of a cotton opener to produce an electret-treated raw stock.

[0043] The electret-treated raw stock was then supplied to a web forming machine and formed into a web, then, needle-punching was performed to produce an electret filter with a metsuke of 100 g/m^2 and a thickness of 2 mm. The molding characteristics at the time were evaluated by the number of ruptures of the split yarn and number of occurrences of discharge and the results obtained are shown in Table I below. Furthermore, the collection efficiency of the electret filter produced was measured according to the method explained below. And the results obtained are shown in Table I as well.

[0044] Collection efficiency

Measurement was performed for the collection efficiency using the measurement device shown in Fig. 3. First, NaCl particle (particle diameter: 0.3 μm) was supplied from an aerosol generator (product of Japan Science Industry) 21 and at the same time, purified air passed through air filter 22 was supplied to chamber 23. When a specific concentration of NaCl particles inside chamber 23 ($2 \cdot 6 \times 10^6$ particles) was achieved, blower 24 was turned on and the gas inside the chamber 23 was drawn via flow path 25 while the flow rate was being monitored by flow adjustment valve 26. When the flow velocity measured by the current meter 27 reached a constant rate (0.5 m/sec), measurement of NaCl particle concentration C_{in} and C_{out} up stream and down stream from the electret filter 28 being measured and arranged in flow path 25 was done using particle counters (KC-01B, product of Rion Co.) 29a and 29b, respectively. Calculation of the collection efficiency was done according to the formula shown below.

Collection efficiency = $[1-(C_{out}/C_{in})] \times 100$ (%)

[0045] Application Example 2

An FEP film was applied to the upper surface of the polymer fiber aggregate and a +7.5 kV voltage was applied to the FEP film and an electret filter was produced as in Application Example 1. An evaluation was made of the molding properties and the collection efficiency of the electret filter produced was measured. The results obtained are shown in Table I.

[0046] Application Example 3

Instead of the FEP film, a polypropylene film with a thickness of 30 µm was used and a +7.5 kV voltage was applied to the polypropylene film and an electret filter was produced as in Application Example 1. An evaluation was made of the molding properties and the collection efficiency of the electret filter produced was measured. The results obtained are shown in Table I.

[0047] Application Example 4

Instead of an FEP film, a capton film with a thickness of 50 µm was used and a +7.5 kV voltage was applied to the capton film and an electret filter was produced as in Application Example 1. An evaluation was made of the molding properties and the collection efficiency of the electret filter produced was measured. The results obtained are shown in Table I. An evaluation was made of the molding properties and the collection efficiency of the electret filter produced was measured. The results obtained are shown in Table I.

[0048] Application Example 5

A split yarn produced as in Application Example 1 was supplied to the loading machine shown in Fig. 2 and a charge treatment was applied to the space between the electrodes consisting of a needle-like charge electrode and a roll-like ground electrode coated with a fluorine resin film (FEP) with a thickness of 25 µm under conditions consisting of a charge voltage of -8 kV, electrode distance of 8 mm, and a retention time of 0.5 seconds, and the split yarn treated with an electret treatment was received on a paper roll. At this time, a DC current of +8 kV was applied to the FEP film. Subsequently, the electret-treated split yarn was processed as in Application Example 1, and an evaluation was made of the molding properties and the collection efficiency of the electret filter produced was measured. The results obtained are shown in Table I.

[0049] Application Example 6

A polypropylene film (product of Mitsui Petrochemical Ind., Ltd., F301) with a thickness of 30 μm was used as a polymer film and molding was done as in Application Example 1, and an evaluation was made of the molding properties and the collection efficiency of the electret filter produced was measured. The results obtained are shown in Table I.

[0050] Application Example 7

A capton film with a thickness of 50 μm was used as a polymer film, a charge DC voltage of -9 kV was used and a DC voltage of +8.5 kV was applied to the capton film, and molding of an electret filter was carried out as in Application Example 1 and an evaluation was performed for the molding property, and an evaluation was made of the molding properties and the collection efficiency of the electret filter produced was measured. The results obtained are shown in Table I.

[0051] Application Example 8

A porous polypropylene film with a thickness of 30 μm was used as a polymer film, a charge DC voltage of -8.2 kV was used and a DC voltage of +7.2 kV was applied to the porous polypropylene film, and molding of an electret filter was carried out as in Application Example 1 and an evaluation was made of the molding properties and the collection efficiency of the electret filter produced was measured. The results obtained are shown in Table I.

[0052] Application Example 9

A porous polypropylene film (PF5010, product of Ube Kosan Ind., porosity: 50%) with a thickness of 30 μm was used as the polymer film, a charge DC voltage of -8.2 kV was used and a DC voltage of -7.2 kV was applied to the porous polypropylene film, and molding of an electret filter was carried out as in Application Example 1 and an evaluation was made of the molding properties and the collection efficiency of the electret filter produced was measured. The results obtained are shown in Table I.

[0053] Comparative Example 1

The drawn film produced in Application Example 1 was split and subsequently supplied to the electrode and a charge treatment was applied and an electret filter was produced as in Application Example 1. An evaluation was made of the molding properties and the collection efficiency of the electret filter produced was measured. The results obtained are shown in Table I.

[0054] Comparative Example 2

As a polymer film (B), an FEP film was applied to the lower surface of the split yarn but a positive voltage was not applied to the FEP film and an electret filter was produced as in Application Example 1. An evaluation was made of the molding properties and the collection efficiency of the electret filter produced was measured. The results obtained are shown in Table I.

[0055]

Table I

Test	Content	Molding properties	Collection efficiency (%)	Variation in collection efficiency
Application Example 1	Reverse charge at the lower surface of the FEP film	••	58.3	4.1
Application Example 2	Reverse charge at the upper surface of the FEP film	••	57.5	3.6
Application Example 3	Reverse charge at the lower surface of the PP film	•ı	59.1	3.9
Application Example 4	Reverse charge at the lower surface of the capton film	•ı	57.7	4.3
Application Example 5	Reverse charge at the lower surface of the FEP film	••	63.7	2.0
Application Example 6	Reverse charge at the lower surface of the PP film	••	55.7	3.6
Application Example 7	Reverse charge at the lower surface of the capton film	••	55.4	3.7
Application Example 8	Reverse charge at the lower surface of the PP porous film (Porosity: 20%)	••	55.4	3.4
Application Example 9	Reverse charge at the lower surface of the PP porous film (Porosity: 20%)	••	43.7	3.1
Comparative Example 1	Without film	•ı	40.6	3.5
Comparative Example 2	Without reverse charge at the lower surface of the FEP film	Δ Discharge observed	51.0	7.1

(19)日本国特許庁（ＪＰ）　(12)公開特許公報(A)　(11)特許出願公開番号

特開平5－253416

(43)公開日　平成5年(1993)10月5日

(51)Int.Cl.⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B01D 39/14	E			
39/00	B			
H01G 7/02	H	8019－5E		

審査請求　未請求　請求項の数4（全8頁）

(21)出願番号　特願平4－55221

(22)出願日　平成4年(1992)3月13日

(71)出願人　000005887
三井石油化学工業株式会社
東京都千代田区霞が関三丁目2番5号

(72)発明者　横山　昭
山口県玖珂郡和木町和木六丁目1番2号
三井石油化学工業株式会社内

(72)発明者　松浦　智
山口県玖珂郡和木町和木六丁目1番2号
三井石油化学工業株式会社内

(72)発明者　品川　好雄
山口県玖珂郡和木町和木六丁目1番2号
三井石油化学工業株式会社内

(74)代理人　弁理士　渡辺　望稔　（外1名）

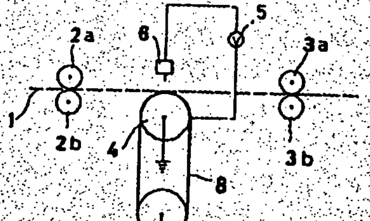
(54)【発明の名称】　エレクトレットフィルターの製造方法

(57)【要約】

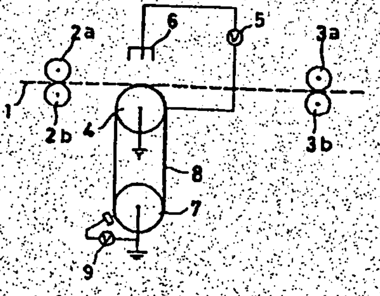
【目的】優れた捕集効率を有するエレクトレットフィルターを高収率で製造することができる方法。

【構成】高分子繊維集合体の上面および下面の少なくとも一方の面に高分子フィルム（B）を重ね、該高分子繊維集合体に荷電電圧を印加するとともに、高分子フィルム（B）に該荷電電圧とは逆の極性の電圧を印加して、高分子繊維集合体に荷電処理を施した後、高分子繊維集合体をエレクトレットフィルターに成形する工程を有する、エレクトレットフィルターの製造方法。

(a)



(b)



【特許請求の範囲】

【請求項１】高分子繊維集合体の上面および下面の少なくとも一方の面に高分子フィルム（Ｂ）を重ね、該高分子繊維集合体に直流電圧を印加するとともに、高分子フィルム（Ｂ）に該荷電電圧とは逆の極性の電圧を印加して、高分子繊維集合体に荷電処理を施した後、高分子繊維集合体をエレクトレットフィルターに成形する工程を有する、エレクトレットフィルターの製造方法。

【請求項２】前記高分子繊維集合体が、高分子フィルムを解繊してなる平板状の解繊糸集合体である請求項１に記載のエレクトレットフィルターの製造方法。

【請求項３】前記高分子フィルム（Ｂ）が、高分子繊維集合体と重ね合わされる部分以外の箇所で、前記高分子フィルム（Ｂ）に荷電電圧とは逆の極性の電圧を印加する請求項１または２に記載のエレクトレットフィルターの製造方法。

【請求項４】前記高分子フィルム（Ｂ）が、空隙率５０％以下のフィルムである請求項１～３のいずれかに記載のエレクトレットフィルターの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【０００１】

【産業上の利用分野】本発明はエレクトレットフィルターの製造方法に関し、特に、優れた捕集効率を有するエレクトレットフィルターを高収率で製造することができる方法に関する。

【０００２】

【従来の技術】原料樹脂を繊維状に成形した後、この繊維に針状、ワイヤー状、または板状の電極を用い荷電処理を施し、得られたエレクトレット化繊維状物を収集し、所望のフィルター形状に成形する工程によってエレクトレットフィルターを製造する方法、あるいは、溶融紡糸した繊維を延伸し、得られた延伸糸を緊張状態でコロナ放電を施す方法（特開昭６０－１９９９７０号公報）、誘電性材料からなるウェブの少なくとも１面を誘電体フィルムで覆い、コロナ放電を施す方法（特開昭６０－５００６５８号公報）、不織布とアース電極の間に高誘電率の絶縁フィルムを配置し、コロナ放電を施す方法（特公昭５９－１５１６７号公報）などが知られている。また、フィルムに荷電処理を施した後繊維状にし、得られたエレクトレット化繊維状物を収集し、所望のフィルター形状に成形する工程によってエレクトレットフィルターを製造する方法等も知られている。

【０００３】

【発明が解決しようとする課題】しかし、上記従来の方法では、繊維と繊維の空隙に電流が大量に流れることにより、電圧が上昇せず、荷電しようとする繊維が有効に荷電されない、また電圧を上げると放電が生じ充分なフィルター性能を得ることが困難であった。さらに、ウェブのように厚みのあるものの場合、その表面は効率良く荷電されるが、内部は表面と比べて荷電され難く、フィルターとしての性能が十分発揮されなかった。また、特開昭６０－５００６５８号公報、特公平５９－１５１６７号公報等に記載されているように、高分子フィルムで覆い荷電する方法は、荷電レベルは向上するが、経時的に、前記フィルムの帯電量が増加し、放電し易くなり、荷電効率が低下し、さらに捕集性能のバラツキが大きくなるという問題がある。フィルムに荷電処理を施した後繊維状にする方法では、フィルムの荷電時にフィルムの電極への密着性が増し、フィルム切れの原因となる。このフィルム切れが発生すると、フィルムが荷電されているため、フィルムがロール等に巻き付き易く、製造上のトラブルの原因となる。

【０００４】そこで本発明の目的は、エレクトレットフィルターを形成するための繊維一本一本に効率的に荷電処理が可能であり、捕集効率等の各種性能に優れたエレクトレットフィルターを、製造上のトラブルがなく、安定して高収率で迅速に得ることができる方法を提供することにある。

【０００５】

【課題を解決するための手段】前記課題を解決するために、本発明は、高分子繊維集合体の上面および下面の少なくとも一方の面に高分子フィルム（Ｂ）を重ね、該高分子繊維集合体に直流電圧を印加するとともに、高分子フィルム（Ｂ）に該荷電電圧とは逆の極性の電圧を印加して、高分子繊維集合体に荷電処理を施した後、高分子繊維集合体をエレクトレットフィルターに成形する工程を有する、エレクトレットフィルターの製造方法を提供するものである。

【０００６】前記高分子繊維集合体が、高分子フィルムを解繊してなる平板状の解繊糸集合体であると、好ましい。

【０００７】前記高分子フィルム（Ｂ）が、高分子繊維集合体と重ね合わされる部分以外の箇所で、前記高分子フィルム（Ｂ）に荷電電圧とは逆の極性の電圧を印加するのが、有効である。

【０００８】以下、本発明のエレクトレットフィルターの製造方法（以下、「本発明の方法」という）について詳細に説明する。

【０００９】本発明の方法において、高分子繊維集合体を形成する高分子化合物は、極性高分子化合物、無極性高分子化合物のいずれのものでもよく、また、結晶性高分子化合物、無定形高分子化合物のいずれのものでもよい。また、１種単独の高分子化合物を使用してもよいし、２種以上の高分子化合物を混合して使用してもよい。

【００１０】無極性高分子化合物としては、例えば、ポリエチレン、ポリプロピレン等のポリオレフィン、ポリスチレン、ポリ四フッ化エチレン、四フッ化エチレン・六フッ化プロピレン共重合体などが挙げられる。

【００１１】また、極性高分子化合物としては、例え

ば、分子中に、カルボキシル基、エステル基、アミド基、水酸基、エーテル基、ニトリル基、カルボニル基、あるいは塩素原子等のハロゲン原子などの極性基を有するものである。この極性高分子化合物の具体例としては、ポリエチレンテレフタレート、ポリテトラメチレンテレフタレート等のポリエステル；ナイロン６、ナイロン６６、ナイロン１２等のポリアミド；ポリカーボネート、ポリメタクリル酸メチル、ポリアクリル酸エチル等のアクリル系樹脂；アクリル-スチレン共重合体系樹脂（ＡＳ樹脂）、アクリル-ブタジエン-スチレン共重合体系樹脂（ＡＢＳ樹脂）、ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニリデン、ポリ塩化三フッ化エチレン、ポリアセタール、ポリアクリルニトリルなどが挙げられる。

【００１２】また、無極性高分子化合物に極性基を有するモノマーをグラフト共重合させた変性無極性高分子化合物も極性高分子化合物として使用できる。このような変性無極性高分子化合物は、前記無極性高分子化合物に、不飽和カルボン酸およびその誘導体から選ばれる少なくとも１種を、例えば、有機過酸化物等のラジカル重合開始剤の存在下に、グラフト共重合させたもの等がある。

【００１３】グラフト変性に用いられる不飽和カルボン酸およびその誘導体としては、例えば、アクリル酸、メタクリル酸、α-エチルアクリル酸等の不飽和モノカルボン酸；マレイン酸、フマール酸、イタコン酸、シトラコン酸、テトラヒドロフタル酸、メチルテトラヒドロフタル酸、エンドシス-ビシクロ［２，２，１］ヘプト-５-エン-２，３-ジカルボン酸（ナジック酸）、メチル-エンドシス-ビシクロ［２，２，１］ヘプト-５-エン-２，３-ジカルボン酸（メチルナジック酸）等の不飽和ジカルボン酸；これらの不飽和カルボン酸の酸ハライド、アミド、イミド、酸無水物、エステル等の不飽和カルボン酸の誘導体などが挙げられる。この不飽和ジカルボン酸の誘導体の具体例としては、塩化マレニル、マレイミド、無水マレイン酸、無水シトラコン酸、マレイン酸モノメチル、マレイン酸ジメチル等が挙げられる。これらの不飽和カルボン酸およびその誘導体は、１種単独でも２種以上を組合せても用いられる。本発明において、これらの中でも、不飽和ジカルボン酸およびその酸無水物が好ましく、特にマレイン酸、ナジック酸およびこれらの酸無水物が好ましい。

【００１４】変性無極性高分子化合物において、これらの不飽和カルボン酸およびその誘導体の含有量、すなわち、変性無極性高分子化合物のグラフト変性量は、通常、０．０５～１５重量％程度、好ましくは０．５～５重量％程度である。

【００１５】本発明の方法において、前記高分子化合物は１種単独あるいは２種以上混合してなる混合物を使用してもよい。前記高分子化合物の２種以上を混合して使用する場合には、極性高分子化合物同士または無極性高分子化合物同士あるいは極性高分子化合物と無極性高分子化合物とを混合してもよい。また、極性高分子化合物の一部として変性無極性高分子化合物を使用してもよい。

【００１６】無極性高分子化合物と極性高分子化合物を混合して用いる場合、その無極性高分子化合物／極性高分子化合物の混合割合は、重量比で６０～９９／０．５～３９．５、好ましくは８０～９５／１～１０である。また、極性高分子化合物の一部として変性無極性高分子化合物を用いる場合、その含有割合は、通常、組成物全量に対して０．５～２０重量％程度であり、好ましくは４～１０重量％程度である。

【００１７】また、この高分子化合物とともに、必要に応じて、例えば、耐熱安定剤、耐候安定剤、帯電防止剤、スリップ剤、アンチブロッキング剤、滑剤、無機あるいは有機の充填剤、染料、顔料等を使用してもよい。

【００１８】本発明の方法は、これら高分子化合物からなる高分子繊維集合体を素材として用いるものである。この高分子繊維集合体は、前記高分子化合物からなる高分子フィルム（以下、「高分子フィルム（Ａ）」という）を解繊したものでもよいし、前記高分子化合物を、溶融紡糸、湿式紡糸等の方法により、直接、繊維化したものでもよい。高分子繊維集合体が、高分子フィルム（Ａ）を解繊してなる平板状の解繊糸集合体である場合、その断面形状が長方形であり、円形断面の解繊糸と比べて荷電効率が優れている点で、好ましい。また、該高分子フィルム（Ａ）の製造の方法は、特に制限されず、通常、この種の樹脂からフィルムを成形する方法として利用されるいずれの方法も適用可能である。例えば、インフレーションフィルム成形法、Ｔ-ダイを用いる押出成形法、ロール圧延による方法などが挙げられる。このようにして得られる高分子フィルム（Ａ）の厚さは、製品であるエレクトレットフィルターの目付量、圧損等が所望の値になるように、予め適宜選択することができる。通常、厚さが１０～１００μｍ程度であり、延伸倍率を６～１０倍とするためには、２０～５０μｍ程度の厚さであるのが好ましい。

【００１９】また、この高分子フィルム（Ａ）を解繊して高分子繊維集合体を製造する方法は、特に制限されず、フィルムを延伸しまたは延伸せずに、例えば、針山状ロール等の解繊機を使用して解繊して行うことができる。

【００２０】高分子フィルム（Ａ）の解繊において、フィルムを延伸する場合、延伸は、通常、高分子フィルム（Ａ）を構成する高分子化合物の軟化点以上融点以下、例えば、１１０～１５０℃程度に加熱してロール、熱板、オーブン等を用いて、フィルムの縦方向に行なわれる。このとき、延伸倍率は、通常、５～１０倍程度であり、成形安定性が良好でその後の解繊が容易である点で、６～８倍程度が好ましい。

【0021】高分子フィルム（A）を解繊して得られる高分子繊維集合体は、紙管、ドラム等に巻き取ってから次工程に移送してもよいし、また、そのまま連続的に次工程に供給してもよい。

【0022】ここで、本発明の方法でいう高分子繊維集合体とは、製造方法によって、繊維が疎らな状態で平面状に分散している状態から、繊維が密に集積してシート状に形成されている状態までの、いずれの集合状態であるものを含む。

【0023】また、本発明の方法において、高分子繊維集合体を構成する繊維が、略四角形の断面形状をなす繊維であると、例えば、後段の荷電処理において解繊糸が効率的に荷電されるため、好ましい。

【0024】本発明の方法は、以上の高分子化合物からなる高分子繊維集合体に荷電処理を施すに際して、該高分子繊維集合体の上面または下面の少なくとも１面に高分子フィルム（B）を重ね、該高分子繊維集合体に荷電電圧を印加するとともに、高分子フィルム（B）に該荷電電圧とは逆の極性の電圧を印加する方法である。

【0025】この高分子繊維集合体に重ねられる高分子フィルム（B）の材質としては、前述した極性高分子化合物、無極性高分子化合物のいずれのものでもよいし、また、無定型、結晶性のいずれのものでもよい。特に、高分子フィルム（B）として好ましいものは、滑り易さおよび高絶縁性のという点からフッ素系樹脂フィルムである。

【0026】この高分子フィルム（B）の厚みは、荷電効率が良好である点で、１～１０００μｍ、好ましくは５～５０μｍの範囲である。

【0027】また、本発明の方法において、高分子繊維集合体と高分子フィルム（B）とを重ね合わせた状態で荷電処理を施す方法、および装置は、所定のエレクトレット化が可能な方法および装置であれば特に制限されない。

【0028】前記荷電装置において、荷電電極は針状、ワイヤー状等の電極が用いられ、また、荷電方法は、高分子繊維集合体にコロナ荷電を連続的または間欠的に加える方法などが用いられる。また、接地電極としては、針状、ワイヤー状、板状、ロール状等の電極が用いられる。

【0029】本発明の方法において、荷電処理される高分子繊維集合体に重ねられる高分子フィルム（B）に、前記高分子繊維集合体に印加される荷電電圧と逆の極性の電圧を印加する方法は、特に制限されず、例えば、コロナ放電等の方法によって行うことができる。また、高分子フィルム（B）に荷電電圧と逆の極性の電圧を印加する場所は、特に限定されないが、高分子フィルム（B）と、高分子繊維集合体とが重ね合わされる部分以外の箇所で、高分子フィルム（B）に荷電電圧とは逆の極性の電圧が印加されるようにすると、経時的に荷電効率の低下が防止され、また、荷電時の放電の発生数も抑制され、生産性が向上する点で、好ましい。

【0030】本発明の方法において、高分子繊維集合体の上面または下面の少なくとも１面に高分子フィルム（B）を重ね、該高分子繊維集合体に直流電圧を印加するとともに、高分子フィルム（B）に該直流電圧とは逆の極性の直流電圧を印加して荷電処理を行う方法、および装置の好適な態様として、例えば、図１（ａ）および（ｂ）、ならびに図２に示す装置が挙げられる。以下、この図１（ａ）および（ｂ）、ならびに図２に示す装置について説明する。なお、図１（ａ）および（ｂ）、ならびに図２において、同一の部材または箇所には同一の符号を付した。

【0031】図１（ａ）に示す荷電装置においては、解繊工程から移送されてきた高分子繊維集合体１は、ロール２ａおよび２ｂによって荷電装置内に導入し、ロール３ａおよび３ｂによって引き取られる。この高分子繊維集合体１は、ロール状の接地電極４と該接地電極４に対して直流電源５によって所定の電圧V1 に保持された針状の荷電電極６との間を通過し、荷電処理が施される。このとき、ロール状の接地電極４と、該接地電極４に対応して配設されたロール７とは、連動して回転し、該接地電極４とロール７の間に巻架された高分子フィルム（B）８は、移送されてくる高分子繊維集合体１の下面に重ね合わせられた状態で荷電処理が行われる。また、ロール７は接地され、高分子フィルム（B）８には、直流電源９によって前記直流電源５と逆の極性の直流電圧が印加された電極によって、荷電電極６と逆の極性の電圧が印加される。荷電処理後、ロール３ａおよび３ｂによって、エレクトレット化された高分子繊維集合体１は、次の工程に移送される。

【0032】図１（ｂ）に示す荷電装置においては、解繊工程から移送されてきた高分子繊維集合体１は、ロール２ａおよび２ｂによって荷電装置内に導入し、ロール３ａおよび３ｂによって引き取られる。高分子繊維集合体１は、ロール状の接地電極４と該接地電極４に対して直流電源５によって所定の電圧Vに保持されたワイヤ状の荷電電極６との間を通過し、荷電処理が施される。このとき、ロール状の接地電極４と、該接地電極４に対応して配設されたロール７とは、連動して回転し、該接地電極４とロール７の間に巻架された高分子フィルム（B）８は、移送されてくる高分子繊維集合体１の下面に重ね合わせられた状態で荷電処理が行われる。また、ロール７は接地され、高分子フィルム（B）８には、直流電源９によって前記直流電源５と逆の極性に直流電圧が付加された電極によって、荷電電極６と逆の電圧が印加される。荷電処理後、ロール３ａおよび３ｂによって、エレクトレット化された高分子繊維集合体１は、次の工程に移送される。

【0033】また、図２に示す荷電装置においては、解

織工程から移送されてきた高分子繊維集合体１は、ロール状の接地電極４と該接地電極４に対して直流電源５によって所定の電圧Ｖに保持されたワイヤ状の荷電電極６との間を通過し、荷電処理が施される。このとき、ロール状の接地電極４に巻装され、直流電極９によって前記直流電源５と逆の極性に直流電圧が付加された電極によって、荷電電極６と逆の電圧が印加された高分子フィルム（Ｂ）８は、移送されてくる高分子繊維集合体１の下面に重ね合わせられた状態で荷電処理が行われる。また、ロール状の接地電極４は接地されている。この図２に示す装置は、高分子フィルムのズレ等によるしわの発生がないため、高速成形が可能となり、また、放電による高分子フィルムの切断が起こり難いため、生産安定性が向上する。

【００３４】本発明の方法において、荷電処理を施すために、荷電電極と接地電極の間に印加される電圧は、通常、３～３０ｋＶ程度であり、好ましくは５～１５ｋＶ程度である。また、荷電電極と接地電極の間の間隙は、通常、３～３０ｍｍ程度であり、好ましくは５～１５ｍｍ程度である。さらに、両電極間における高分子繊維集合体の滞留時間は、通常、０．０１～１秒程度である。さらに、荷電処理の際の周囲雰囲気温度は、特に限定されず、常温付近が好ましい。

【００３５】本発明の方法においては、以上のようにして荷電処理された高分子繊維集合体を、例えば、カッターで９０ｍｍに切断し開綿機にかけて、エレクトレット化繊維を得ることができる。また、得られるエレクトレット化繊維は、解繊に供したフィルムの厚さ、延伸倍率、解繊の程度等を予め選択することにより、所望の太さにすることができる。また、用いられる開綿機は、特に限定されず、通常、この種の開綿工程に使用されるものでよい。

【００３６】次に、得られるエレクトレット化繊維を収集し、所望の形状に成形して、エレクトレットフィルターを得ることができる。

【００３７】エレクトレット化繊維の成形は、例えば、前記のようにして得られたエレクトレット化繊維を、常法にしたがって織成、編成、タフト化したり、あるいは不織布に成形することにより、製造することができる。例えば、ニードルパンチング、熱ボンディング、超音波ボンディング等の方法に従って、所望の性状の原反を製造することができる。

【００３８】本発明の方法によって製造されるエレクトレットフィルターは、所定の寸法に裁断し、またはプリーツ状に折り込んだ形態で用いられる。このとき、エレクトレットフィルターは、単独で、または常用の不織布を常法にしたがって貼り合わせて用いることもできる。

【００３９】本発明の製造方法によって得られるエレクトレットフィルターは、例えば、１μｍ以下の微粒子を効率よく捕集できる特長を生かして、エアフィルター、空気清浄材、掃除機用フィルター、エアコン用フィルター、マスク等の用途に好適である。

【００４０】

【実施例】以下、本発明の実施例および比較例を挙げて本発明を具体的に説明する。

【００４１】（実施例１）ポリプロピレン（三井石油化学工業株式会社製、ハイポールＢ２００、ＭＦＲ：０．５ｇ／１０分）９０００ｇ、ポリカーボネート（ゼネラルエレクトリック社製、レキサン１０１）５００ｇおよび無水マレイン酸変性ポリプロピレン（無水マレイン酸グラフト変性量：３重量％）５００ｇを混合して樹脂組成物を調製した。

【００４２】得られた樹脂組成物を、インフレーションフィルム成形機（東芝機械（株）製）に供給して、２４０℃で、厚さ３０μｍのフィルムに成形した。次に、このフィルムを１３５℃で、長手方向に６．６倍の延伸倍率で熱板にて延伸しながら、針山状ロールに掛けて、網目状に解繊し、得られた解繊糸の下面に厚み２５μｍのフッ素樹脂フィルム（ＦＥＰ、ダイキン工業（株）製、ネオクロンＮＦ－００２５）を重ね、これを図１（ａ）に示す構成の荷電装置の荷電電極とロール状の接地電極との間（電極間隔：８ｍｍ）に滞留時間：０．５秒で通して、印加電圧：－９ｋＶ（直流）を印加してコロナ放電を供給して荷電処理を施した後、紙管に巻き取った。このとき、前記ＦＥＰフィルムに、＋７ｋＶの直流電圧を印加した。次に、紙管からエレクトレット化された解繊糸を巻きだし、カッターで９０ｍｍにカットした後、開綿機に掛けてエレクトレット化原綿を得た。

【００４３】得られたエレクトレット化原綿をウェッブ・フォーミング・マシンに供給してウェッブに成形し、ニードルパンチングして、目付量：１００ｇ／ｍ^2、厚み：２ｍｍのエレクトレットフィルターを製造した。この時の成形性を解繊糸の切れる回数および放電の発生回数で評価し、表１に示す。また、得られたエレクトレットフィルターの捕集効率を、下記の方法にしたがって測定した。結果を表１に示す。

【００４４】捕集効率

図３に概略を示す測定装置を使用して捕集効率を測定した。まず、エアロゾル発生機（日本科学工業社製）２１からＮａＣｌ粒子（粒径：０．３μｍ）を供給するとともに、エアーフィルター２２を通した清浄空気をチャンバー２３に供給した。チャンバー２３内のＮａＣｌ粒子濃度が一定濃度（２～６×１０^{6}個）となった後、ブロワー２４を作動させてチャンバー２３内の気体を流通経路２５を通じて流量調整バルブ２６で流量を調整しながら吸引した。流速計２７によって測定される流通速度が一定速度（０．５ｍ／ｓｅｃ）となった時に、流通経路２５に配設した、測定対象であるエレクトレットフィルター２８の上流側および下流側におけるＮａＣｌ粒子濃度ＣinおよびCout を、パーティクルカウンター（リオ

ン社製、ＫＣ－０１Ｂ）２９ａおよび２９ｂによって、それぞれ測定した。下記式に基づいて捕集効率を算出した。

捕集効率＝$\left[1-(C_{out}/C_{in})\right]\times 100$（％）

【００４５】（実施例２）高分子繊維集合体の上面にＦＥＰフィルムを重ね、ＦＥＰフィルムに＋７．５ｋＶの電圧を印加した他は実施例１と同様にしてエレクトレットフィルターを製造した。成形性および得られたエレクトレットフィルターの捕集効率を評価または測定した。結果を表１に示す。

【００４６】（実施例３）ＦＥＰフィルムの代わりに厚み３０μｍのポリプロピレンフィルムを用い、前記ポリプロピレンフィルムに＋７．５ｋＶの電圧を印加した他は実施例１と同様にしてエレクトレットフィルターを製造した。成形性および得られたエレクトレットフィルターの捕集効率を評価または測定した。結果を表１に示す。

【００４７】（実施例４）ＦＥＰフィルムの代わりに厚み５０μｍのカプトンフィルムを用い、前記カプトンフィルムに＋７．５ｋＶの電圧を印加した他は実施例１と同様にしてエレクトレットフィルターを製造した。成形性および得られたエレクトレットフィルターの捕集効率を評価または測定した。結果を表１に示す。

【００４８】（実施例５）実施例１と同様にして得られた解繊糸を、図２に示す荷電装置に供給して、針状の荷電電極、および厚さ２５μｍのフッ素樹脂フィルム（ＦＥＰ）で覆ったロール状接地電極からなる電極間に、印加電圧：－８ｋＶ、電極間隔：８ｍｍ、滞留時間：０．５秒の条件で荷電処理を施した後、エレクトレット化された解繊糸を紙管に巻き取った。このとき、ＦＥＰフィルムには、＋８ｋＶの直流電圧を印加した。次に、エレクトレット化された解繊糸を、実施例１と同様に処理してエレクトレットフィルターを成形し、このときの成形性を評価し、さらに得られたエレクトレットフィルターの捕集効率を測定した。結果を表１に示す。

【００４９】（実施例６）高分子フィルムとして、厚さ３０μｍのポリプロピレンフィルム（三井石油化学工業（株）製、Ｆ３０１）を用いた以外は、実施例１と同様にしてエレクトレットフィルターを成形し、成形性を評価し、さらに得られたエレクトレットフィルターの捕集効率を測定した。結果を表１に示す。

【００５０】（実施例７）高分子フィルムとして、厚さ５０μｍのカプトンフィルムを用い、荷電直流電圧：－９ｋＶ、カプトンフィルムに＋８．５ｋＶの直流電圧を印加した以外は、実施例１と同様にしてエレクトレットフィルターを成形し、成形性を評価し、さらに得られたエレクトレットフィルターの捕集効率を測定した。結果を表１に示す。

【００５１】（実施例８）高分子フィルムとして、厚さ３０μｍの多孔質ポリプロピレンフィルム（宇部興産製、ＰＦ２０００、空隙率：２０％）を用い、荷電直流電圧：－８．２ｋＶ、多孔質ポリプロピレンフィルムに＋７．２ｋＶの直流電圧を印加した以外は、実施例１と同様にしてエレクトレットフィルターを成形し、成形性を評価し、さらに得られたエレクトレットフィルターの捕集効率を測定した。結果を表１に示す。

【００５２】（実施例９）高分子フィルムとして、厚さ３０μｍの多孔質ポリプロピレンフィルム（宇部興産製、ＰＦ５０１０、空隙率：５０％）を用い、荷電直流電圧：－８．２ｋＶ、多孔質ポリプロピレンフィルムに＋７．２ｋＶの直流電圧を印加した以外は、実施例１と同様にしてエレクトレットフィルターを成形し、成形性を評価し、さらに得られたエレクトレットフィルターの捕集効率を測定した。結果を表１に示す。

【００５３】（比較例１）実施例１において製造された延伸フィルムを解繊した後、そのまま電極に供給して荷電処理を施した以外は、実施例１と同様にして、エレクトレットフィルターを製造した。得られたエレクトレットフィルターの成形性および捕集効率を評価または測定した。結果を表１に示す。

【００５４】（比較例２）高分子フィルム（Ｂ）としてＦＥＰフィルムを用いて解繊糸の下面に重ね、ＦＥＰフィルムにプラスの電圧を印加しなかった他は実施例１と同様にしてエレクトレットフィルターを製造した。得られたエレクトレットフィルターの成形性および捕集効率を評価または測定した。結果を表１に示す。

【００５５】

表　１

試験	内　容	成形性	捕集効率（％）	捕集効率のパラツキσ_{0-1}
実施例１	ＦＥＰフィルム下面 逆荷電有り	○	５８．３	４．１
実施例２	ＦＥＰフィルム上面 逆荷電有り	○	５７．５	３．６
実施例３	ＰＰフィルム下面 逆荷電有り	○′	５９．１	３．９
実施例４	カプトンフィルム下面 逆荷電有り	○′	５７．７	４．３
実施例５	ＦＥＰフィルム下面 逆荷電有り	○	６３．７	２．０
実施例６	ＰＰフィルム下面 逆荷電有り	○	５５．７	３．６
実施例７	カプトンフィルム下面 逆荷電有り	○	５５．４	３．７

【００５６】

表　１（つづき）

試験	内　容	成形性	捕集効率（％）	捕集効率のパラツキσ_{0-1}
実施例８	ＰＰ多孔質フィルム 下面　逆荷電有り （空隙率：２０％）	○	５５．４	３．４
実施例９	ＰＰ多孔質フィルム 下面　逆荷電有り （空隙率：２０％）	○	４３．７	３．１
比較例１	フィルム無し	○′	４０．６	３．５
比較例２	ＦＥＰフィルム下面 逆荷電無し	△ 放電有り	５１．０	７．１

【００５７】

【発明の効果】本発明の方法によれば、従来法では達成し得ないレベルの捕集効率等の各種性能に優れたエレクトレットフィルターを、従来法におけるような製造上のトラブルを生じることなく、安定して高効率で迅速に製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図１】（ａ）および（ｂ）はそれぞれ荷電処理に用

いる装置の構成を示す概略図。

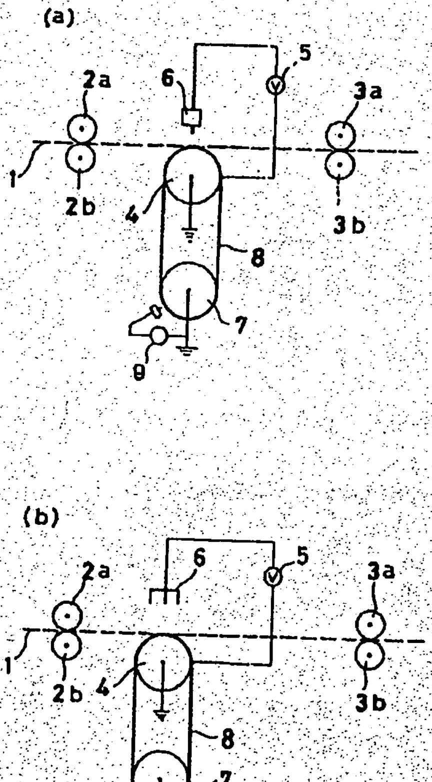
【図２】　荷電処理に用いる装置の他の構成を示す概略図。

【図３】　捕集効率の測定に用いた装置の構成を示す概略図。

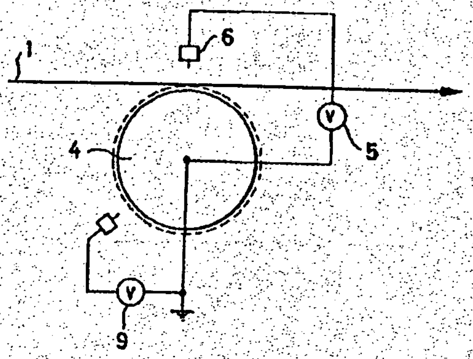
【符号の説明】

１　高分子繊維集合体
２ａ，２ｂ　ロール
３ａ，３ｂ　ロール
４　接地電極
５　直流電源
６　荷電電極
７　ロール
８　高分子フィルム（Ｂ）
９　直流電源
２１　エアロゾル発生機
２２　エアーフィルター
２３　チャンバー
２４　ブロワー
２５　流通経路
２６　流量調整バルブ
２７　流速計
２８　エレクトレットフィルター
２９ａ、２９ｂ　パーティクルカウンター

【図１】



【図２】



【図３】